

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

DERWENT-ACC-NO: 1971-14119S
DERWENT-WEEK: 197108
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD
TITLE: Water-in-oil emulsion for foodstuffs
use
PATENT-ASSIGNEE: GRACE & CO W R [GRAC]
PRIORITY-DATA: 1965DE-G044532 (August 26, 1965)
PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	
LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 1492835 B	000	N/A
	N/A	

INT-CL (IPC): A23G000/00

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 1492835B

BASIC-ABSTRACT:

The emulsion, for the topping and coating of sugar- and flour-confectionery, contains 1.8-74% water and a fatty component contg. 1-12% of an emulsifying agent (0-75% of a non-ionic hydrophilic emulsifier and 100-25% of a non-ionic lipophilic emulsifier). The fatty component consists of an edible fat or oil, contg. 1-10% of edible animal or vegetable wax. The hydrophilic emulsifier, if used has a hydrophilic/lipophilic ratio of at least 7.8, and is e.g., lecithin, polyethyleneglycol-400-distearate, and acetyl long-chain tartrate etc.; the lipophilic emulsifier is a monoglyceride with h/l. ratio not above 5.4 and an I value of at least 8. Up to 30% of the lipophilic emulsifier may be replaced by a lipophilic diluent, consisting of a monoglyceride with h/l. ratio not above

5.8 and an I value below 8. Up to 83% of sugar can be incorporated.

TITLE-TERMS: WATER OIL EMULSION FOOD

DERWENT-CLASS: D13

CPI-CODES: D03-E;

⑩

Int. Cl.:

A 23g

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



⑪

Deutsche Kl.:

53f - 3

⑫

53-1402

⑬

⑭

⑮

Offenlegungsschrift 1492 835

Aktenzeichen: P 14 92 835.9 (G 44532)

Anmeldetag: 26. August 1965

Offenlegungstag: 10. Juli 1969

⑯

Ausstellungsriorität: —

⑰

Unionspriorität

⑱

Datum: —

⑲

Land: —

⑳

Aktenzeichen: —

㉑

Bezeichnung: Wasser-in-Öl Emulsion

㉒

Zusatz zu: —

㉓

Ausscheidung aus: —

㉔

Anmelder: W. R. Grace & Co., New York, N. Y. (V. St. A.)

Vertreter: Poschenrieder, Dr.-Ing. Dipl.-Ing. Robert;
Boettner, Dr.-Ing. Dipl.-Ing. Elisabeth; Patentanwälte, 8000 München

㉕

Als Erfinder benannt: Pinkalla, Hamilton A.; Neuser, Gerald L.; Milwaukee, Wis.;
Cook, Leon R., New York, N. Y.;
Korfhage, Roy F., Charlotte, N. C. (V. St. A.)

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBI. I S. 960): 21. 5. 1968
Prüfungsantrag gemäß § 28b PatG ist gestellt

DLI 1492 835

ORIGINAL INSPECTED

© 6.69 909 828/638

13/80

DR. R. POSCHENRIEDER
DR. E. BOETTNER
DIPLO-ING. H.-J. MÜLLER
Poststrasse 8
8 MÜNCHEN 80
Ludwig-Grafe-Straße 39
Telefon 443750

2. Juli 1968

P 14 92 835.9 (G 44 532)
- Cas 43

/N

1492835

W. R. Grace u. Co., 7, Hanover Square, New York, N.Y. (V.St.A.)

Wasser-in-Öl Emulsion

Die Erfindung betrifft eßbare Wasser-in-Öl Emulsionen, gegebenenfalls mit Zusätzen von Geschmacksstoffen und färbenden oder konservierenden Mitteln und ein Verfahren zur Herstellung derselben.

Bisher wurden zum Beschichten von Nahrungsmitteln, z. B. Zuckerwaren oder Backwaren, lediglich im wesentlichen wasserfreie Fettzusammensetzungen verwendet; diese Zusammensetzungen haben folgende Merkmale:

1. Eine geeignete Viskosität (mit Bezug auf die gewünschte Fließfähigkeit, die Einheitlichkeit der zu bildenden Schicht und die gewünschte Schichtdicke);
2. Härtungszeit entsprechend den Herstellungsbedingungen;
3. Gewünschte Festigkeit der Beschichtung bei normalen Esstemperaturen;
4. Kein Fleckigwerden (keine uneinheitliche Färbung);

909828 / 0638

Neue Unterlagen (v. 7.8.1 Ab. 2 Nr. 1 Seite 3 des Antragsformulars v. 4.8.1967)
BAD ORIGINAL

- 2 -

- 2 -

5. Vollständig Kontinuität der Ölphase; und
6. Ablösbarkeit von einer Form oder von Förderbändern.

Jedoch ergeben sich bei der Herstellung und Verwendung solcher im wesentlichen wasserfreien Zusammensetzungen auf Basis von Fetten Probleme wirtschaftlicher und physikalischer Art, nämlich:

1. Die Herstellung von Zusammensetzungen auf Basis von Fetten erfordert die Verwendung von größeren kostspieligen Misch- und Reinigungsvorrichtungen sowie von Aufarbeitungskesseln, deren Betrieb mit hohen Kosten verbunden ist; diese können vermieden werden, wenn eine Emulsion eingesetzt wird.
2. Änderung der Kosten des Produktes infolge von Marktpreisschwankungen von Fett und Zucker, welche die gewöhnlich sehr geringen Profitspannen zunichte machen können oder zur Folge haben, daß der Preis der Zusammensetzungen schwankt.
3. Geschmacksstoffe können bei Zusammensetzungen auf Fettbasis nur dann ausprobiert werden, wenn das Fett geschmolzen wird, um aus diesem die Geschmackstoffteilchen freizusetzen, damit sie auf die Geschmacksorgane reagieren können.
4. Wenn Kakao als Geschmacksstoff verwendet wird, ist es erwünscht, den Kakao zu kochen, um pro Gewichtseinheit des Materials einen intensiveren Geschmack zu erzielen, wobei jedoch das Wasser vor Mischung des gekochten Materials mit

909828/0638

- 3 -

BAD ORIGINAL

- 3 -

durch fettig in Zusammensetzung entfernt werden muß, wodurch jedoch der gesamte Vorteil des Kochens verloren geht.

5. Ein unsachsaamer Zusatz von Wasser verhindert die Verwendung einer Zusammensetzung auf Fettbasis für Beschichtungen, da hierdurch die Viskosität stark hinaufgesetzt wird.

6. Zusammensetzungen auf Basis von Fetten weisen beträchtliche Fetticken auf und neigen dazu abzubrockeln, wenn ein Produkt auf Fettbasis bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes des Fettes gegessen wird. Beschichtungen auf Basis von Fetten auf Speiseeis sind besonders brüchig und schuppig, da sie gewöhnlich bei Temperaturen verzehrt werden, die wesentlich unter dem Schmelzpunkt der üblicherweise verwendeten Fette liegen.

7. Jedes fettunlösliche Material, das in eine Zusammensetzung auf Fettbasis versetzt wird, kann in dieser nur dispergiert werden und neigt dazu, die Viskosität der Zusammensetzung zu erhöhen.

Das Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Wasser-in-Öl Emulsionen besteht darin, daß zunächst verflüssigtes Fett oder Öl und Wachs und die Emulgiermittel miteinander gemischt werden. Sodann kann ein mit Öl verträglicher Geschmacksstoff oder Farbstoff oder gegebenenfalls andere Materialien der Ölphase zugesetzt und das Röhren derselben fortgesetzt werden, bis der Geschmacksstoff und der Farbstoff gelöst oder dispergiert sind. Hierauf werden das Wasser, Zucker und beliebige

909828/0638

BAD ORIGINAL

- 4 -

- 4 -

gewünschte, mit Wasser verträglich Materialien miteinander vermischt, wonach die wässrige Phase auf die Temperatur erhitzt wird, bei der die Emulsion hergestellt wird. Die wässrige Phase wird sodann der Kombination, bestehend aus verflüssigtem Fett und Emulgiermittel, mit einer Geschwindigkeit zugesetzt, bei der die Homogenität der Mischung während des Rührens erhalten bleibt. Sodann wird die Mischung solange gerührt, bis ein Teilchengrößebereich der wässrigen Phase gewährleistet ist, der innerhalb der bekannten Werte für solche Emulsionen liegt.

Eine gemäß diesem Verfahren hergestellte Wasser-in-Öl Emulsion hat alle erwünschten Eigenschaften der gegenwärtig für Beschichtungen verwendeten Zusammensetzungen auf Fettbasis, wobei die vorstehend aufgezeigten Probleme und die folgenden unerwünschten Merkmale solcher Zusammensetzungen ausgeschaltet sind:

1. Vermieden werden kostspielige Misch-, Verarbeitungs- und Reinigungsvorrichtungen;
2. Der für die jeweilige Verwendung erforderliche Gehalt an Fett und Zucker ist vermindert, so daß der Profit bezüglich des Endproduktes von Schwankungen der Preise dieser Waren nicht mehr davon abhängig ist;
3. Bei Aufbewahrung bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes des Fettes scheidet sich die Emulsion nicht in eine harte untere Schicht von Feststoffen und eine geringe Menge an Fett, die mit einer oberen Fettschicht schwer vermischt

909828/0638

- 5 -

BAD ORIGINAL

bar ist;

4. Die Empfindung eines Fettes im Mund wird ausgeschaltet und ein öliger Geschmack, der gewöhnlich als Folge der Verwendung von Zusammensetzungen auf Fettbasis auftritt, wird vermieden;
5. Es wird die Verwendung von wasserlöslichen Geschmacksstoffen und Farbstoffen ermöglicht, die derzeit den Hauptanteil der gesetzlich zugelassenen Stoffe dieser Art bilden;
6. Verglichen mit Materialien, die in einer Zusammensetzung auf Fettbasis dispergiert werden müssen, wird bei wasserlöslichen Stoffen ein intensiverer Geschmack und eine intensive Färbung erreicht;
7. Schließlich wird das Problem der Wasserabsorption während der Beschichtung von Speiseeis und anderen wasserhaltigen Nahrungsmitteln ausgeschaltet.

Die erfindungsgemäß verwendeten Fette sind essbar, wobei vorzugsweise ein oder mehrere Pflanzenöle, die zur Gänze oder teilweise hydriert sein können, oder eine Fraktion eines hydrierten Pflanzenöls sowie auch Mischungen solcher Öle eingesetzt werden können. Die Art des verwendeten Fettes oder Öle bestimmt den Schmelzpunkt der Emulsion und somit auch die Verwendbarkeit der betreffenden Emulsion. Daher werden durch die Wahl der Fette teilweise die Beschichtung anderer Nahrungsmittel bei einer gegebenen Temperatur, die Härte der Beschichtung bei verschiedenen Ersttemperaturen sowie der Geschmack der Beschichtung

909828/0638

BAD ORIGINAL

(in Kombination mit anderen Geschmacksstoffen) bestimmt.

Obgleich der Zuckerzusatz weggelassen wird, wenn die Wasser-in-Öl Emulsion für Nahrungsmittel verwendet wird, bei denen der Zuckergehalt beschränkt sein muß, wird Zucker bei dem größeren Teil der erfindungsgemäß hergestellten Emulsionen verwendet, und deswegen soll auch das Verfahren gemäß vorliegender Erfindung zur Herstellung von Wasser-in-Öl Emulsionen mit einem Zusatz von Zucker beschrieben werden. Eine Änderung des Verhältnisses von Zucker zu Wasser, von Wasser zu Fett oder von Fett zu Zucker bzw. der Art und der Anteile der eingesetzter Emulgiermittel bewirkt eine Änderung der Eigenschaften der Wasser-in-Öl Emulsion und kann auch zur Vernichtung der Emulsion und deren Teilung in Fett und Wasser führen. In den erfindungsgemäß erhaltenen Emulsionen liegen zwei flüssige Phasen vor, (nämlich Fett- und Wasserphasen), wogegen es sich bei bekannten Beschichtungen auf Fettbasis um eine Suspension von Feststoffen in einer flüssigen Phase handelt, die sowohl den Geschmacksstoff als auch den Farbstoff einschließt. Wasser-in-Öl Emulsionen können hergestellt werden mit:

1. Einem fettlöslichen Geschmacksstoff und einem fettlöslichen Farbstoff;
2. einem wasserlöslichen Geschmacksstoff und einem wasserlöslichen Farbstoff;
3. einem fettlöslichen Geschmacksstoff und einem wasserlöslichen Farbstoff; **909828/0638**

BAD ORIGINAL 7 ..

- 7 -

4. einem fettlöslichen Farbstoff und einem wasserlöslichen Geschmacksstoff und
5. mit Geschmacke- und Farbstoffen, die in einer Fett- oder Wasserphase nicht löslich, sondern dispergierbar sind.

Wasser-in-Öl Emulsionen ermöglichen daher die Verwendung verschiedener Farb- und Geschmacksstoffe, wobei mit Bezug auf deren Löslichkeit keine Einwände bestehen.

Es wurde festgestellt, daß stoffliche Änderungen der Zusammensetzung stets zu Wasser-in-Öl Emulsionen führen, welche einen beliebigen Anteil an Geschmacks- und Farbstoffen und ein Minimum an Fetten enthalten können und welche die gewünschte Viskosität und andere für den jeweiligen Zweck günstige physikalische Eigenschaften aufweisen.

Fig. 1 und 2 der Zeichnungen sind dreidimensionale Diagramme, die zeigen, wie zwei bzw. drei Variable in der Zusammensetzung geändert werden, um eine gewünschte Viskosität in einer Wasser-in-Öl Emulsion zu erhalten. Die Diagramme geben die Prozentgehalte an Wasser, Zucker und Fett an, die in einer gesüßten Emulsion verwendet werden. Die mit A-T bezeichneten Punkte zeigen die in den entsprechenden Zusammensetzungen verwendeten Konzentrationen, wobei die Höhe jedes Punktes, den gesamten Anteil der verwendeter Kombination zeigt und jede Einheit 2 % des gesamten Emulgiermittls entspricht.

909828/0638

BAD ORIGINAL

- 8 -

Fig. 1 zeigt Zusammensetzungen, die alle mit einem gesamten Emulgiermittelgehalt von 9,5 % (bezogen auf das Gewicht des Fettes) hergestellt sind, wogegen Fig. 2 ähnliche Zusammensetzungen mit verschiedenen Emulgiermittelgehalten angibt. Die nachstehende Tabelle zeigt die Änderungen der Zusammensetzung und der Viskosität von verschiedenen Emulsionen bei Punkten A-I in Fig. 1, gemessen mit dem bekannten MacMichael-Viskosimeter (National Confectioners Association, Standard Verfahren). Diese Vorrichtung mißt das Drehmoment an einem Draht, der mit einem in eine Tasse versenkten Gewicht versehen ist, die mit einer bestimmten Geschwindigkeit angetrieben wird und mit der Zusammensetzung, deren Viskosität gemessen werden soll, gefüllt ist, wobei die Probe auf eine bestimmte Temperatur abgekühlt ist.

T a b e l l e I
 (Gesamtgehalt an Emulgiermittel 9,5 %)
 (Die Prozente sind Gew.-%)
 (vgl. Fig. 1)

Punkt	A	B	C	D	E	F	G	H	I
% gesamtes Fett	15	25	35	50	55	65	50	50	50
% gesamtes Wasser	25	25	25	25	20	10	30	40	45
% gesamter Zucker	60	50	40	25	25	25	20	10	5
Viskosität	300	295	115	45	35	18	65	90	100

Es sei bemerkt, daß selbst bei gleichem Emulgiermittelgehalt sehr unterschiedliche Viskositäten erhalten werden können. Di

606828/0638

- 9 -

hochviskosen Emulsionen, entsprechend den Punkten A und B, sind als solche als Nahrungsmittel, z. B. als Kernstücke von Zuckerwaren, geeignet. Emulsionen mit einer Viskosität von 35 - 50° MacMichael können für Zuckergüsse, zum Überziehen von Zuckerwaren und für Saucen verwendet werden, wogegen Emulsionen mit einer Viskosität von 18 - 35 sich zum Beschichten von Speiseeis und dgl. eignen.

Die Punkte der Fig. 2 sind mit L-T bezeichnet. Die nachstehende Tabelle zeigt die Änderungen der Zusammensetzung und der Viskosität bei Änderungen des Emulgiermittelgehaltes (4 - 12 %, wie er durch die Höhe der Punkte L-T angezeigt wird).

T a b e l l e II

(vgl. Fig. 2)

Punkt	L	M	N	O	P	Q	R	S	T
% gesamtes Fett	15	25	35	50	55	65	50	50	50
% gesamtes Wasser	25	25	25	25	20	10	30	40	45
% gesamter Zucker	60	50	40	25	25	25	20	10	5
Viskosität invertiert	155	165	42	30	10	35	72	105	

009828/0638

Alle Zusammensetzungen der Tabelle 2 sind mit Bezug auf den gesamten Fett-, Wasser- und Zuckergehalt mit jenem der Tabelle 1 identisch. Jedoch variiert der Gehalt an Emulgiermittel zwischen 4 - 12 %, wie in Fig. 2 gezeigt. Die Zusammensetzung L ist mit der Zusammensetzung A (Tabelle 1) vergleichbar, wobei sie jedoch

BAD ORIGINAL

- 10 -

in eine Öl-in-Wasser Type umgekehrt ist. Die Viskositäten der Tabelle 2 sind niedriger als jene der entsprechenden Zusammensetzungen der Tabelle 1, mit Ausnahme der Zusammensetzungen N und T. Es ist ersichtlich, daß wesentlich verschiedene Viskositäten erhalten werden können, wenn bei der gleichen Zusammensetzung mit obigen Komponenten verschiedene Emulgiermittelanteile eingesetzt werden.

In den Zusammensetzungen A-T war das verwendete Fett ein hydriertes Palmkernöl (Wiley P = 39° C), wobei 7,1 % (bezogen auf das Fettgewicht) eines eßbaren tierischen oder pflanzlichen (nicht mineralischen) Wachses, z. B. Bienenwachs, verwendet wurde. Die bei den Zusammensetzungen A-T eingesetzten Emulgiermittel waren 1,31 % (bezogen auf das Fettgewicht) acetyliertes, mit Weinsäure verestertes Glycerylmonostearat (Drewmulse A.T.M.S. Spec.) 8,15 % (bezogen auf das Fettgewicht) Glycerylmonooleat (Myverol 18 - 71 E), was zu einem Verhältnis von hydrophilen Emulgiermitteln von 13,85 % bzw. 86,15 % führt. Die obige Kombination von Emulgiermittel ergibt ein HLB (hydrophiles-lipophile Gleichgewicht) innerhalb der Werte (3-6), die als die besten für eine Wasser-in-Öl Emulsion gelten (vgl. Becher; Emulsion, Theory and Practice, ACS Monograph 135, copyright 1957).

Vorgezogen werden Wasser-in-Öl Emulsionen mit einem Zusatz von zumindest 1,8 % Wasser, so daß der Punkt AA der Fig. 1 bei

909828/0638

- 11 -

BAD ORIGINAL

,8 der Wasserphasenskala liegt, und die Linie, die quer über das Diagramm zu dem Punkt E8 bei 74 % an der Wasserphasenskala verläuft, die maximale Wasserkonzentrationen zeigt, die verwendet werden sollten. Andere Anteile an Wasser sind durch die verschiedenen Punkte der Fig. 1 und 2 angegeben, wobei die Grenzen der Zusammensetzungen mit für die in Rede stehenden Wasser-in-Öl Emulsionen günstigen Viskositäten durch das von den Linien X, Y und Z eingeschlossene Feld angezeigt sind.

Es ist ersichtlich, daß die Anteilsbereiche der zwei wesentlichen Komponenten der vorliegenden Emulsionen und des nicht wesentlichen Zuckers, wie sie in den Diagrammen gezeigt sind, folgende sind:

Fett	4,7 - 98,2 %
Wasser	1,8 - 74,0 %
Zucker	0 - 83,0 %,

wobei in dem Begriff "Zucker" alle wasserlöslichen oder in Wasser dispergierbaren Stoffe, sofern sie verwendet werden, und in dem Begriff "Fett" Fett, Wachs, Emulgiermittel und Öl-lösliche oder in Öl dispergierbare Stoffe, die verwendet werden, mit eingeschlossen sind. Der Gehalt an Emulgiermitteln kann niedrig gehalten sein und bei Zusammensetzungen mit höherem Fettgehalt nur 1 % (bezogen auf das Fettgewicht) betragen. Invertzucker, Honig oder Kornsirup können eingesetzt werden, um das Ausmaß der Zuckerkristallisation, nach Kühlung bei Zusammensetzungen mit hohem Zuckergehalt zu verringern. Ge-
909828/0638

Geschmacksstoffe und Farbstoffe können in beliebigen Anteilen zugesetzt werden, um die gewünschte Intensität an Geschmack und Farbe zu erhalten. Der Geschmacksstoff kann jeder beliebige natürliche oder synthetische Geschmacksstoff sein, der bei Nahrungsmitteln verwendet werden darf. Der Farbstoff wird einer der für Nahrungsmittel zugelassenen sein. Es kann ein natürlicher oder synthetischer Farbstoff sein, der auch in eßbaren Flüssigkeiten vorliegen kann, z. B. Glycerin, Propylenglycol oder Wasser. Sowohl der Geschmacksstoff als auch der Farbstoff kann in Öl oder Wasser löslich oder dispergierbar sein, da sowohl das Fett als auch das Wasser einen geeigneten Träger für den Geschmacks- oder Farbstoff darstellt. Wie bereits vorstehend erwähnt, kann von der Verwendung von Zucker sowie auch von Geschmacks- und Farbstoffen abgesehen werden. Andere Zusätze, z. B. Salz, Konservierungsmittel oder künstliche Süßmittel, können nach Bedarf eingesetzt werden.

Der Zusatz von natürlichem, gebleichtem oder ungebleichtem Bienenwachs oder jedes anderen eßbaren pflanzlichen oder tierischen Wachses in Anteilen von 1 - 10 % (bezogen auf das Fettgewicht) ermöglicht, eine Anzahl von Wasser-in-Öl Emulsionen herzustellen, die größer ist als jene Anzahl von Emulsionen, die bei Weglassen des Wachses erhalten werden kann. Es wurde festgestellt, daß eine ausgeglichene Kombination von hydrophilem Emulgiermittel, z. B. Lecithin (O/W-Type) und lipophilem Emulgiermittel, z. B. Glycerylmonooleat, erforderlich ist, um

909828 / 0638

Die g wünscht Emulsionsstabilität zu erhalten. Das kombinierte Emulgiermittel ergibt die besten Resultate, wenn es in der fetten Phase gelöst ist. Andere Kombinationen von lipophilen Emulgiermitteln, z. B. verschiedenen Glycerylmonooleaten, bestimmten Glycerylmonostearaten und Propylenglycolestern, mit hydrophilen Emulgiermitteln, z. B. acetylierten Weinsäureestern von Mono- und Diglyceriden und Polyoxyäthylen-20-Sorbitan-monostearat und -oleat können verwendet werden.

Bei Verwendung anderer Emulgiermittel muß der Anteil jedes verwendeten Emulgiermittels korrigiert werden, wobei die Reinheit der Verbindungen in den genannten Emulgiermitteln zu berücksichtigen ist, die alle auf dem Markt erhältlich sind.

Die Emulgiermittelkombination wird so gewählt, daß ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht (HLB) erhalten wird, das, wie festgestellt wurde, mit Bezug auf die Herbeiführung einer Adsorption an der Zwischenschicht der zwei nicht mischbaren Flüssigkeiten (Wasser und Fett) sehr wirksam ist, so daß eine Wasser-in-Öl Emulsion erhalten wird, die sich nicht auflöst oder zusammenbricht, wenn sie in flüssiger oder fester Form aufbewahrt oder nach Aufbewahrung als Feststoff wieder geschmolzen wird. Eine solche Adsorption ist ein rein physikalisches Phänomen, was aus der Tatsache hervorgeht, daß diese Emulsionen unter chemischer Veränderung wiederholt verfestigt und geschmolzen werden können. Es werden jedoch Vorsichtsmaßnahmen

909828/0638 BAD ORIGINAL

getroffen, wie das Vermeiden von starken Alkalien in Wasser und anderen Materialien, von denen bekannt ist, daß sie auf Grund einer chemischen Umsetzung mit dem Fett, dem Emulgiermittel oder den wäfigren Phasen die Bildung von Wasser-in-Öl Emulsionen stören oder verhindern bzw. deren Stabilität vermindern. In der nachstehenden Tabelle sind verschiedene Emulgiermittel und deren wichtigste Merkmale angegeben; aufgezeigt sind hydrophile bzw. lipophile Emulgiermittel und Verdünnungsmittel, die als Ersatz eines Teiles der lipophilen Emulgiermittel eingesetzt werden können.

909828/0638

- 15 -

BAD ORIGINAL

- 15 -

T a b e l l e III
Hydrophile Emulgiermittel

Chemische Bezeichnung	HLB	F °C	Jod- schnitt- wert liche Reinheit	durch- schnitts- bezeich- nung
Lecithin (O/W Type)	-	bei Raumtemp. flüssig	90-95	60,0 Centrophil* S.M.
Polyäthylenglycol-400-distearat	7,8	2	45-50	90,0 S 1009
Polyäthylenglycol-400-monoleat	11,0	2	51-40	100,0 S 1602
Acetyliertes, mit Wein- säure verestertes Monoglycerid eines Pflanzen- öls	12,0	bei Raumtemp. flüssig	45-55	8,5 Drewmulse A.T.M.G.
Acetyliertes, mit Wein- säure verestertes Glyce- rid eines Pflanzenöls	12,0	54	5	20,0 TEM 4H
Polyoxyäthylen-(20)- sorbitanmonostearat	14,9	bei Raumtemp. flüssig	1,5	100,0 Glyco- sperse S20
Polyoxyäthylen-(20)- sorbitanmonostearat	14,9	bei Raumtemp. flüssig	19-22	100,0 Tween 60
Acetyliertes, mit Wein- säure verestertes Glycerylmonostearat	15,0	55	3 max	30,0 Drewmulse ATMS Spec.
Acetyliertes, mit Wein- säure verestertes Glycerylmonostearat	15,0	58	3 max	40,0 Gloss-Add
Acetyliertes, mit Wein- säure verestertes Glycerylmonostearat	15,0	bei Raumtemp. wölle Paste	60	20,0 TEM 4C
Polyoxyäthylen-(20)- sorbitanmonooleat	15,0	bei Raumtemp. flüssig	19-22	100,0 Glyco- sperse 020

(g prüft mit lipophilem Emulgiermittel, Myverol 18-71E)

909828/0638

BAD ORIGINAL

- 16 -

T a b l e I V
Lipophile Emulgiermittel

Chemische Bezeichnung	HLB	F °C	Jod- wert	durch- schnitt- liche Reinheit	Handels- bezeich- nung
Lecithin (W/O Type)	-	bei Raumtemp. flüssig	90-95	4,0	Centrophil IP
Glycerylmonooleat	3,4	18	70-80	42,5	S 1096
Glycerylmonooleat aus Pflanzenfett	3,5	48	65-75	42,5	GMV soft
Glycerylmonooleat aus Baumwollöl	3,5	43	80-90	42,5	GMO soft
Glycerylmonooleat aus Kokosnussöl	3,5	32	6-10 (durchschn. 8)	52,5	GM-OHO
Glycerylmonodmat aus Erdnussöl	3,5	49	80-90	42,5	GM-PHO
Glycerylmonooleat	3,5	20	80-95	42,5	GMO
Glycerylmonooleat	3,5	25	74-78	56,5	Atmos 360
Glycerylmonooleat	3,5	35	65-70	90 min	Myverol 18-71E
Glycerylmonooleat	3,8	39 - 42	110-120	18 %	Myverol 18-90
Glycerylmonolinoleat	3,8	46 - 50	54-64	74 %	
Glycerylmonostearat	3,8	52 - 53	54-61	50	Atmos 80
Glycerylmonostearat	3,8	-			Atmos 122
Glycerylmonooleat	5,2	-12	65-75	38,0	S 1097

(geprüft mit hydrophilem Emulgiermittel, Drewmulse ATM Spec.)

T a b e l l e

Lipophile Verdünnungsmittel
(als primäre Emulgiermittel nicht verwendbar)

Chemische Bezeichnung	HLB	$F^{\circ}C$	Jodwert	durchschnittliche Reinheit	Handelsbezeichnung
Glycerylmonooleat	3,5	57-61	2	54,0	Atmos 150
Glycerylmonostearat	3,6	57-61	5	42,5	Aldo 33
Glycerylmonostearat	3,8	59-61	7 max	42,0	Atmul 84K
Glycerylmonostearat	3,8	60	5 max	42,5	GMS-V-hard
Glycerylmonostearat	3,8	60	3 max	42,5	GMS-V-hard-SE
Glyceryllactopalmitat	4,0	60	2 max	12,0	GLP-12
Glyceryllactostearat	4,0	60	2 max	12,0	GLS-12
Glyceryllactostearat	4,0	60	5 max	12,0	SL 101
Sorbitanmonostearat	4,7	50	2-1/2	100,0	Glycomul 8
Sorbitanmonostearat	4,7	50	5	100,0	Span 60
Glycerylmonostearat	5,8	56-61	5	39,0	Aldo 28

(geprüft mit hydrophilem Emulgiermittel, Myverol 18-71E)

Es ist ersichtlich, daß, obgleich in obigen Tabellen Verbindungen mit gleicher chemischer Bezeichnung auftauchen, diese Verbindungen, da sie von verschiedenen Quellen stammen und verschiedenartig hergestellt sind, nicht dieselben sind und daß die Jodzahlen für Verbindungen mit gleicher Bezeichnung sehr unterschiedlich sind. Alle hydrophilen Emulgiermittel der Tabelle 3 haben ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht (HLB) von 7,8 oder darüber, wogegen die lipophilen Mittel der Tabelle 4 ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht von 5,4 oder darunter aufweisen. Mit Bezug auf die Tabellen 4 und 5 sei festgestellt, daß Monoglyceride mit einer Jodzahl von 8 und darüber oder Mischungen solcher Verbindungen als primäre lipophile Emulgiermittel bei der Herstellung von Wasser-in-Öl Emulsionen verwendet werden können, wogegen alle gesättigten Monoglyceride mit Jodzahlen unter 8 nur als Verdünnungsmittel verwendbar sind und nicht als primäre Emulgiermittel eingesetzt werden können. Es wurde festgestellt, daß bis zu 30 % der lipophilen W/O bildenden Emulgiermittel der Tabelle 4 durch die lipophilen Verdünnungsmittel der Tabelle 5 (die zum Unterschied von den primären Emulgiermitteln im folgenden Verdünnungsmittel genannt werden sollen) ersetzt werden können, um die Viskosität herabzusetzen und ein Haftenbleiben der Emulsion in dem Mund der die Emulsion verzehrenden Personen zu verhindern.

Es folgt ein Beispiel für eine Zusammensetzung mit zwei verschiedenen Viskositäten, das verschiedene Zusammensetzungen für

909828/0698

BAD ORIGINAL

verschiedene Versendungszwecke erfüllt.

Zitroden

Das obige Konservat wurde einige Male geschmolzen und wieder verfestigt, wobei eine Änderung der Viskosität oder der physikalischen Eigenschaften nicht eint. t. Bei Verdünnung (8000/g Konservat auf 4000 g Öl), betrug die Viskosität 27 - 30° MacMichael, so daß sich die vorliegende Emulsion zum Beschichten

909828/0638

- 20 -

BAD ORIGINAL

von Speiseeis ign t. Ein Anzahl von Speise iastangen wurden bei 32 °C beschichtet, b i 20° C aufbewahrt und innerhalb von 10 Wochen häufig überprüft. Hierbei wurde ein Austreten von Öl, eine Verschlechterung des Fettes oder ein Fleckigwerden der Beschichtung nicht festgestellt; der Geschmacksstoff wurde stärker empfunden. Am Ende von 10 Wochen war der Geschmack gut, das Speiseeis erschien frisch, und es waren keine Brüche oder andere Schäden der Beschichtung festzustellen.

Es wurde gefunden, daß ein periodisch oder kontinuierlich arbeitender Rührer verwendbar ist, solange die Homogenität bei der Wasser-su-Öl Zusatzstufe aufrecht erhalten und hinreichend gemischt wurde, um den bekannten Teilchengrößenbereich der dispergierten Wasserphase zu gewährleisten. Es wurde mit Hilfe eines kontinuierlichen sechsstufigen Mischers der Turbinenart mit einem Rotor mit 15 cm Durchmesser bei einer Geschwindigkeit von lediglich 1200 U.p.m. erfolgreich bis zu 4500 kg einer mit Schokoladengeschmack verschenen Wasser-in-Öl Emulsion in bloß 60 Minuten erhalten.

Es wurde festgestellt, daß die Viskosität bei einer fertiggestellten Emulsion herabgesetzt werden kann, indem die Emulsion einfach bei vorhülflichmäßig geringer Rührung zusätzlichem geschmolzenem Fett oder Öl zugesetzt wird, wobei die Wasser-in-Öl Emulsion bei oder oberhalb der Schmelztemperatur des Fettes oder Öls gehalten wird.

909828/0638

- 21 -

BAD ORIGINAL

Patentspruch

1. Essbare Wasser-in-Öl Emulsion, die beispielsweise als Überzugsmittel oder Bestandteil für Nahrungsmittel verwendet werden kann, bestehend aus Wasser und einer ölichen Komponente, welche 1,0 bis 12,0 Gew.-% eines Emulgiermittels enthält, das aus 0 bis 75,0 Gew.-% eines nicht-ionogenen hydrophilen Emulgators und 100 bis 25 Gew.-% eines nicht-ionogenen lipophilen Emulgators besteht, wobei das gesamte hydrophile-lipophile Gleichgewicht der Emulgiermittelkombination 3 bis 6 beträgt, dadurch gekennzeichnet, daß die ölige Komponente aus 1,0 bis 10, Gew.-% eines geschmolzenen tierischen oder vegetabilischen Wachses und aus einem flüssigen oder geschmolzenen Fett in solchen Mengen besteht, daß die Gesamtmenge an Fett, Emulgiermittel und Wachs 4,7 bis 98,2 Gew.-% der Emulsion ausmacht, und daß gegebenenfalls der hydrophile Emulgator ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht von mindestens 7,8 und nicht mehr als 5,4 hat und eine Jodzahl von wenigstens 8 aufweist, wobei bis zu 30 % des lipophilen Emulgators durch ein lipophiles Verdünnungsmittel ersetzt sein können, wobei das lipophile Verdünnungsmittel ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht von nicht mehr als 5,8 und eine Jodzahl von unter 8 hat, und daß schließlich die Emulsion 1,8 bis 74 Gew.-% Wasser (bezogen auf die Emulsion) enthält, welche bis zu 83,0 % Zucker aufweisen kann.

909828/0638

Nach Anträgen Wrt 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 Buch 2 des Änderungsgesetz v. 4. 5. 1992 -

BAD ORIGINAL

2. Verfahren zur Herstellung der Wasse r-in-Öl Emulsion, dadurch gekennzeichnet, daß a) 4,7 ~ 98,2 % eines verflüssigten eßbaren Fettes; b) 1,0 - 10,0 % eines verflüssigten eßbaren Wachses und c) 1,0 - 12,0 % einer Kombination von 0 - 75,0 % eines eßbaren nicht ionischen hydrophilen Emulgiermittels und 100 - 25,0 % eines eßbaren nicht ionischen lipophilen Emulgiermittels mit einer Jodzahl von zumindest 8 miteinander gemischt werden, wobei das gesamte hydrophile-lipophile Gleichgewicht der Emulgiermittelkombination 3 - 6 beträgt und daß dieser Mischung 1,8 ~ 74,0 % Wasser mit einer Geschwindigkeit zugesetzt werden, bei welcher die Homogenität der Mischung unter Rühren beibehalten bleibt, wobei die angegebenen Prozente Gewichtsprozente sind und die Anteile an Emulgiermittel und Wachs ein Teil des Gesamtgewichtes des Fettes bilden.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasser, bevor es der Mischung zugesetzt wird, auf die Temperatur derselber erhitzt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Mischung solange gemischt wird, bis der gewünschte Teilchengrößendbereich der wäßrigen Phase innerhalb der Emulsion gewährleistet wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das hydrophile Emulgiermittel ein hydrophiles-

909828/0638

- 23 -

BAD ORIGINAL

lipophiles Gleichgewicht von zumindest 7,8 und das lipophil Emulgiermittel ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht von nicht mehr als 5,4 hat.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein lipophiles Verdünnungsmittel bis zu 30 % des lipophilen Emulgiermittels ersetzt, wobei das lipophile Verdünnungsmittel ein hydrophiles-lipophiles Gleichgewicht von nicht mehr als 5,8 und eine Jodzahl von unter 8 hat.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das lipophile Emulgiermittel und das Verdünnungsmittel Fettäureester von Monoglyceriden sind.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das essbare Wachs ~~als~~ tierisches Wachs ist.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Wasser bis zu 65,0 Gew.-% Zucker enthält.

909828/0638

BAD ORIGINAL

-24-
Leerseite

531-1-02 1492 835 O.T: 10.7.1969

k.

25

1492835

Fig. 1

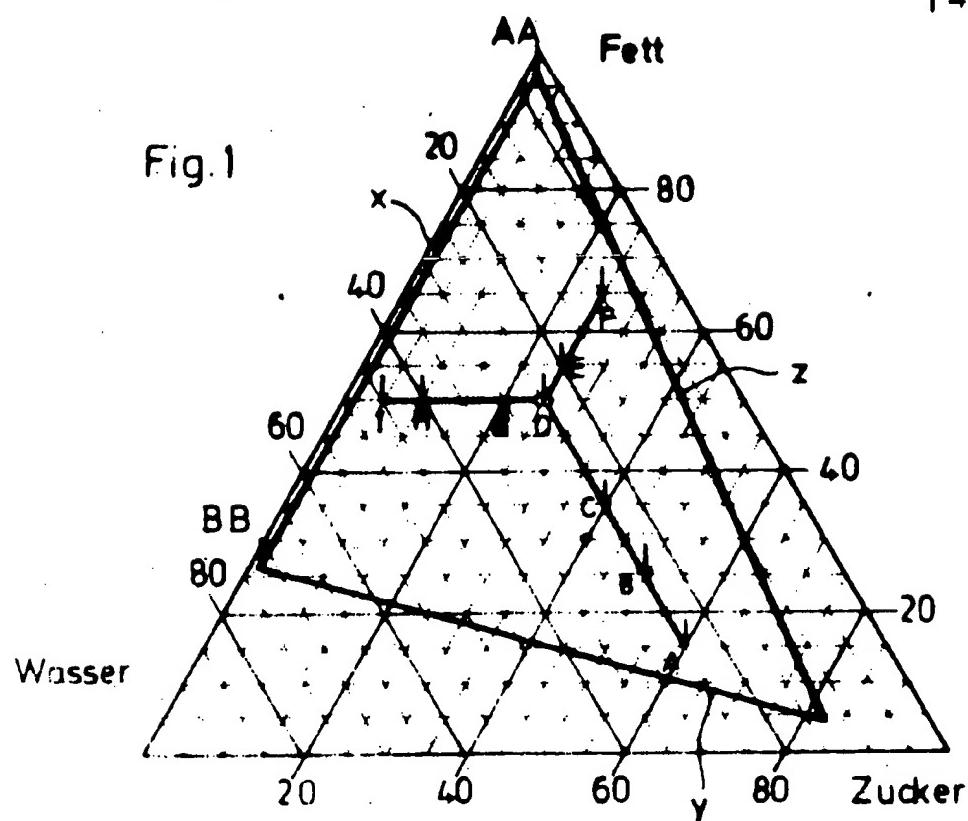
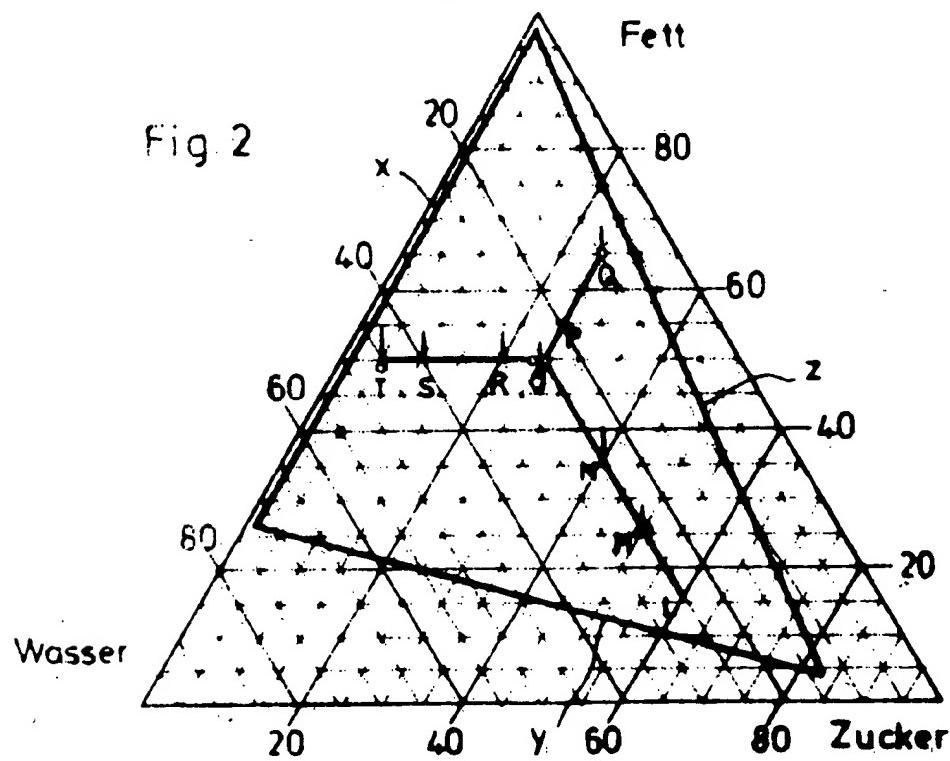


Fig. 2



ORIGINAL INSPECTED

909828/0638